

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Rancangan Penelitian

4.1.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental, dimana dalam penelitian ini yang menjadi populasi adalah toko kosmetik yang menjual beberapa jenis pemulas bibir di kecamatan lowokwaru kota malang. Pada toko tersebut ada beberapa jenis produk pemulas bibir dengan nomor registrasi yang tidak terdaftar di BPOM kota malang. Terdapat 10 merek sampel *Lip Cream* yang akan di analisis terhadap ada tidaknya kandungan senyawa kimia Rhodamin B dalam 10 sampel *lip Cream* tersebut.

4.1.2 Sampel

Dari hasil survei terdapat 10 merek *Lip Cream* yang dijual di toko kosmetik X di kecamatan Lowokwaru Malang, maka metode sampling yang digunakan total sampling yaitu semua populasi atau 10 sediaan *Lip Cream* menjadi sampel karena jumlah populasi kurang dari 30. Sampel diambil dari toko kosmetik X diambil untuk 1 sampel 1 merek.

4.2 Tempat dan Waktu Penelitian

- Tempat penelitian : Laboratorium Kimia Terpadu Farmasi
UMM
- Waktu penelitian : 3 bulan

4.3 Alat – Alat Penelitian

1. Thin layer plates, 20x20cm, 0,25 mm silica gel 60 f254, tebal 0,2mm, plastik roll.
2. *Chamber* kromatografi lapis tipis
3. Kertas kromatografi no. 1
4. Kertas saring whatmann PTFE disposable sytinge filter, diameter 13mm, ukuran pori 0,5µm
5. Micropipet 5µm

6. Pengaduk vortex
7. Neraca analitik
8. Corong gelas
9. Vial
10. Beker gelas
11. Cawan porselen
12. Corong Pisah

4.5.2 Bahan- Bahan Yang Digunakan

1. Sepuluh sampel Lip *Cream*
2. Rhodamin B Teknis
3. Metanol Teknis Brataco©
4. n-Butanol Analysis MERCK©
5. Etanol Teknis Brataco©
6. Asam asetat glasial MERCK©
7. Aquades Teknis Brataco©
8. N-Heksana Analysis MERCK©

4.5 Penentuan Analisis Rhodamin B Dalam Lip *Cream*

4.5.1 Prosedur pembuatan larutan baku pembanding Rhodamin B

Ditimbang Rhodamin B sebanyak 50mg menggunakan neraca analitik dengan botol timbang, kemudian dilarutkan dalam metanol sebanyak 250 ml didapat konsentrasi 200 ppm. Aduk homogen, kemudian saring dengan membran filter dan masukkan kedalam vial.

4.5.2 Preparasi Sampel

Sampel uji ditimbang sebanyak 0,1 gram menggunakan neraca analitik menggunakan botol timbang, kemudian ditambahkan 5 ml n-Heksana dan dimasukkan ke dalam corong pisah dari atas dengan corong keran ditutup. Corong kemudian di tutup dan digoyang dengan kuat untuk membuat dua fase memisah. Corong kemudian dibalik dan keran dibuka untuk mengambil filtrat yang didapat. Kemudian di tambahkan 2 ml metanol. Sampel siap di totolkan.

4.5.3 Pembuatan Fase Gerak (Eluen)

Masukkan dalam chamber berupa n-butanol : etanol : air : asam asetat glasial (60:10:20:0,5) tutup chamber tunggu hingga larutan tereluasi dengan sempurna.

4.5.4 Pembuatan Fase Diam

Diambil lempeng KLT berukuran 20 x 20 cm. Tandai batas atas lempeng 0,5 cm dan bawah 1,5 cm. Atur jarak 1,5 cm untuk penotolan. Totolkan larutan pembanding dan sampel sebanyak 5 μ l menggunakan pipa kapiler. Baku pembanding (baku standart) dan sampel secara berurutan untuk masing-masing senyawa ditanda yang sudah disiapkan pada plat KLT. Totolkan pada plat KLT diamkan hingga totolan kering.

4.5.5 Penentuan Analisis Rhodamin B dalam Lip Cream

Tandai batas atas lempeng 0,5 cm dan bawah 1,5 cm pada. Atur jarak untuk penotolan 1,5 cm. Totolkan larutan pembanding dan sampel sebanyak masing-masing 5 μ l. Keringkan totolan pada suhu ruang atau bisa juga dikeringkan didalam lemari asam dan tunggu hingga kering. Setelah kering masukkan plat KLT pada chamber yang telah dijenuhkan dengan fase gerak berupa n-butanol : etanol : air : asam asetat glasial (60:10:20:0,5) . Dibiarkan hingga lempeng tereluasi dengan sempurna, kemudian lempeng KLT diangkat dan di keringkan. Diamati warna secara visual dan dilakukan perhitungan Rf pada noda sampel dengan larutan pembanding menggunakan. Kemudian diamati pada densitometer Bandingkan Rf, warna noda, dan spektrum antara pembanding dan sampel.

4.6 Analisis Data dalam Lip Cream

Untuk mengetahui ada tidaknya kandungan pewarna sintesis Rhodamin B pada Lip cream di Kecamatan Lowokwaru, Kota Malang dilakukan analisis kualitatif dengan membandingkan nilai Rf dan bercak noda antara sampel, melihat hasil spektrum densitometer dan Match Factor dari sampel dan baku pembanding.

$$R_f = \frac{\text{jarak yang diikuti oleh komponen}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

$$MF = \frac{10^3 \{ \sum X.Y - (\frac{\sum X \cdot \sum Y}{n}) \}^2}{\{ \sum X^2 - (\frac{\sum X \cdot \sum X}{n}) \} \cdot \{ \sum Y^2 - (\frac{\sum Y \cdot \sum Y}{n}) \}}$$

Keterangan :

X = Absorbansi spektrum pertama

Y = Absorbansi spektrum kedua

n = Banyaknya tempat penentuan

Nilai *Match factor* (MF) memiliki rentang spektrum antara 900 hingga 1000, yang mana nilai tersebut menunjukkan bahwa kedua spektrum dinyatakan identik, sedangkan bila nilai MF kurang dari 900 atau lebih dari 1000 maka data dinyatakan tidak valid.

